DIN EN ISO 20122:2025-06 (D)

Pflanzliche Öle - Bestimmung von gesättigten Mineralölkohlenwasserstoffen (MOSH) und aromatischen Kohlenwasserstoffen (MOAH) mit Analyse durch online gekoppelte Hochleistungsflüssigkeitschromatographie-Gaschromatographie mit Flammenionisationsdetektion (HPLC-GC-FID) - Verfahren für die niedrige Bestimmungsgrenze (ISO 20122:2024, korrigierte Fassung 2024-11); Deutsche Fassung EN ISO 20122:2024

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 9
Vorwort ... 10
Einleitung ... 11
1 Anwendungsbereich ... 12
2 Normative Verweisungen ... 12
3 Begriffe ... 12
4 Kurzbeschreibung ... 13
5 Reagenzien ... 14
6 Prüfeinrichtung ... 17
7 Probe ... 19
7.1 Probenahme ... 19
7.2 Herstellung der endgültigen Probe für flüssige und feste Fette ... 19
8 Durchführungen ... 19
8.1 Allgemeines ... 19
8.2 Hexan-Ethanol-Verteilung zur Entfernung von störenden Substanzen ... 20
8.3 Verseifung ... 20
8.4 Entfernen von biogenen *n*-Alkanen mit Aluminiumoxid zur Bestimmung der MOSH-Fraktion ... 21
8.5 Aufreinigung vor der Epoxidierung zur Trennung polarer Substanzen ... 21
8.6 Epoxidierung der MOAH-Fraktion mit Ethanol zum Oxidieren ungesättigter nicht-aromatischer Verbindungen ... 21
8.7 Trennung mittels HPLC-GC ... 22
8.7.1 HPLC-Bedingungen ... 22
8.7.2 GC-Konfiguration ... 23
8.7.3 Konfiguration des Lösemitteldampfaustritts ... 24
8.7.4 Peak-Ermittlung ... 24
8.7.5 Prüfung der Systemeignung ... 25
8.8 Blindlauf ... 26
8.9 Qualitätskontrolle ... 27
9 Ergebnis der Bestimmung ... 27
9.1 Prüfung der Chromatogramme auf ausreichende Epoxidierung und andere maßgebende Parameter ... 27
9.2 Berechnung ... 27
10 Präzision des Verfahrens ... 29
10.1 Wiederholgrenze ... 29
10.2 Vergleichgrenze ... 29
11 Prüfbericht ... 29

Anhang A (informativ) Bilder und Chromatogramme **31**

Anhang B (informativ) Präzisionsdaten **40**

Anhang C (informativ) Alternatives Verfahren für die Epoxidierung der MOAH-Fraktion (Epoxidierung mit Per(oxy)ameisensäure) **53**
C.1 Durchführung **53**
C.2 Validierungsdaten **53**

Literaturhinweise **55**

Bilder

Bild A.1 — HPLC-UV-Chromatogramm mit charakteristischem Signal- und Druckkanal für eine MOSH/MOAH-Messung **31**

Bild A.2 — Elutionsschema der Stoffklassen der MOSH- und MOAH-Fraktion (oberer Teil) und der für die Grenzen der Fraktionierungsfenster genutzten Verifizierungsstandards (unterer Teil) **32**

Bild A.3 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion des ISTD-Gemischs **32**

Bild A.4 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOAH-Fraktion des ISTD-Gemischs **33**

Bild A.5 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm eines Alkan-Standard-Gemischs von C10 bis C50 zur Prüfung des nicht-diskriminierenden Fraktionstransfers **33**

Bild A.6 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion eines verunreinigten Sonnenblumenöls mit biogenen langkettigen *n*-Alkanen **33**

Bild A.7 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion eines verunreinigten Sonnenblumenöls (80 mg/kg) nach der Aufreinigung mit Aluminiumoxidsäule **34**

Bild A.8 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOAH-Fraktion eines verunreinigten Sonnenblumenöls **34**

Bild A.9 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOAH-Fraktion eines verunreinigten Sonnenblumenöls (15 mg/kg) nach der Epoxidierung **35**

Bild A.10 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion eines aufgereinigten Kokosfetts **35**

Bild A.11 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion eines aufgereinigten Kokosfetts **35**

Bild A.12 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion mit POSH-Gehalt **36**

Bild A.13 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion mit PAO-Gehalt **36**

Bild A.14 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion einer durch Harzoligomere (ROSH) verunreinigten Probe **37**

Bild A.15 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOAH-Fraktion einer durch Harzoligomere (ROAH) verunreinigten Probe **37**

Bild A.16 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion einer durch einen synthetischen Schmierstoff (PAO) verunreinigten Kakaobutterprobe **38**

Bild A.17 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion einer durch einen synthetischen Schmierstoff (PAO) verunreinigten Kakaobutterprobe **38**

Bild A.18 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm von MOH (MOSH und MOAH) — Grenzwert für das Verhältnis von Signal und Rauschen 39

Bild A.19 — HPLC-GC-FID-Chromatogramm der MOSH-Fraktion — Integration von nicht getrennten störenden Substanzen 39

Tabellen

Tabelle 1 — Gradientenprogramm für die Trennung von MOSH und MOAH auf einer Kieselgelsäule mit Strömungsumkehr nach 6 min und Rekonditionierung nach 15 min 22

Tabelle 2 — Fraktionen nach Literaturhinweis [8] 28

Tabelle B.1 — Festlegung der Proben 40

Tabelle B.2 — Validierungsdaten für MOSH [C10-C50] in unterschiedlichen Pflanzenölen 41

Tabelle B.3 — Validierungsdaten für MOAH [C10-C50] in unterschiedlichen Pflanzenölen..... 42

Tabelle B.4 — Validierungsdaten für MOSH [C10-C16] in unterschiedlichen Pflanzenölen 43

Tabelle B.5 — Validierungsdaten für MOSH [C16-C20] in unterschiedlichen Pflanzenölen 44

Tabelle B.6 — Validierungsdaten für MOSH [C20-C25] in unterschiedlichen Pflanzenölen 45

Tabelle B.7 — Validierungsdaten für MOSH [C25-C35] in unterschiedlichen Pflanzenölen 46

Tabelle B.8 — Validierungsdaten für MOSH [C35-C40] in unterschiedlichen Pflanzenölen 47

Tabelle B.9 — Validierungsdaten für MOSH [C40-C50] in unterschiedlichen Pflanzenölen 48

Tabelle B.10 — Validierungsdaten für MOAH [C10-C16] in unterschiedlichen Pflanzenölen 49

Tabelle B.11 — Validierungsdaten für MOAH [C16-C25] in unterschiedlichen Pflanzenölen 50

Tabelle B.12 — Validierungsdaten für MOAH [C25-C35] in unterschiedlichen Pflanzenölen 51

Tabelle B.13 — Validierungsdaten für MOAH [C35-C50] in unterschiedlichen Pflanzenölen 52

Tabelle C.1 — MOAH-Gehalt für den Satz von Proben aus dem Ringversuch, mit Epoxidierung mit *m*-CPBA 53

Tabelle C.2 — MOAH-Gehalt für den Satz von Proben aus dem Ringversuch, mit Epoxidierung mit Per(oxy)ameisensäure 54